

1/5/1
 DIALOG(R) File 352:Derwent WPI
 (c) 2002 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

012230183 **Image available**
 WPI Acc No: 1999-036290/199904
 XRAM Acc No: C99-011083
 XRPX Acc No: N99-027262

Complex optical multilayer coating production - by high throughput
 reactive sputter deposition
 Patent Assignee: NAT RES COUNCIL CANADA (CANA)
 Inventor: AKIYAMA T; CLARKE G A; DOBROWOLSKI J A; ITO T; SULLIVAN B T;
 DOBROWOLSKI J
 Number of Countries: 004 Number of Patents: 004

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
DE 19752322	A1	19981210	DE 1052322	A	19971126	199904 B
JP 10330934	A	19981215	JP 97305887	A	19971107	199909
CA 2214546	A	19981203	CA 2214546	A	19970902	199920
US 6217720	B1	20010417	US 97867789	A	19970603	200123

Priority Applications (No Type Date): US 97867789 A 19970603

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
DE 19752322	A1	30		C23C-014/54	
JP 10330934	A	18		C23C-014/34	
CA 2214546	A			C23C-016/52	
US 6217720	B1			C23C-014/34	

Abstract (Basic): DE 19752322 A

Deposition of a complex multilayer coating, consisting of layers of two or more different material types, on a substrate is carried out by (a) sequentially depositing the layers in a high throughput reactive deposition chamber; (b) determining the deposited layer thicknesses at one or more instants during deposition by optical measurement and adjusting theoretical values, obtained from a model of the deposited layers, to the corresponding actual measured values; and (c) continuously controlling a process variable in order to ensure homogeneity of the deposited layers so that a valid thickness determination can be made from the theoretical model. Also claimed are similar processes in which the deposition process is monitored and a process variable is controlled in real time so that each layer has the desired characteristics and either (i) a process variable is adjusted at the start of deposition of each layer except the first layer in order to match its value with that at the end of deposition of the previous layer of the same material type or (ii) the deposition rate of each layer is high in the initial period and low in the final period. Further claimed is equipment for carrying out the above processes.

USE - For producing complex optical thin film coatings e.g. for use in telecommunications, scientific instrumentation, optics and the like.

ADVANTAGE - The processes provide an automatic deposition system, e.g. for reactive sputter deposited Nb2O5 and SiO2 layers, which operates at high throughput rates.

Dwg. 1/20

Title Terms: COMPLEX; OPTICAL; MULTILAYER; COATING; PRODUCE; HIGH; THROUGHPUT; REACT; SPUTTER; DEPOSIT

Derwent Class: L03; M13; U11; V07; W02

International Patent Class (Main): C23C-014/34; C23C-014/54; C23C-016/52

International Patent Class (Additional): B32B-009/00; C23C-014/08;

C30B-025/06; G02B-001/10

File Segment: CPI; EPI

?LOGOFF

(51) Int.Cl.⁶ 識別記号
 C 2 3 C 14/34
 B 3 2 B 9/00
 C 3 0 B 25/06
 G 0 2 B 1/10

F I
 C 2 3 C 14/34 U
 B 3 2 B 9/00 A
 C 3 0 B 25/06
 G 0 2 B 1/10 Z

審査請求 未請求 請求項の数34 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号 特願平9-305887

(22) 出願日 平成9年(1997)11月7日

(31) 優先権主張番号 08/867789

(32) 優先日 1997年6月3日

(33) 優先権主張国 米国 (U S)

(71) 出願人 595006223

ナショナル リサーチ カウンシル オブ
 カナダ

カナダ国, ケー1エー 0アール6, オン
 タリオ, オタワ, モントリオール ロード
 (番地なし)

(72) 発明者 ブライアン ティー, サリバン

カナダ・オンタリオ ケー2ケー 1エッ
 クス3・オンタリオ・グロスター・エルム
 リッジ ドライブ 1821

(74) 代理人 弁理士 一色 健輔 (外2名)

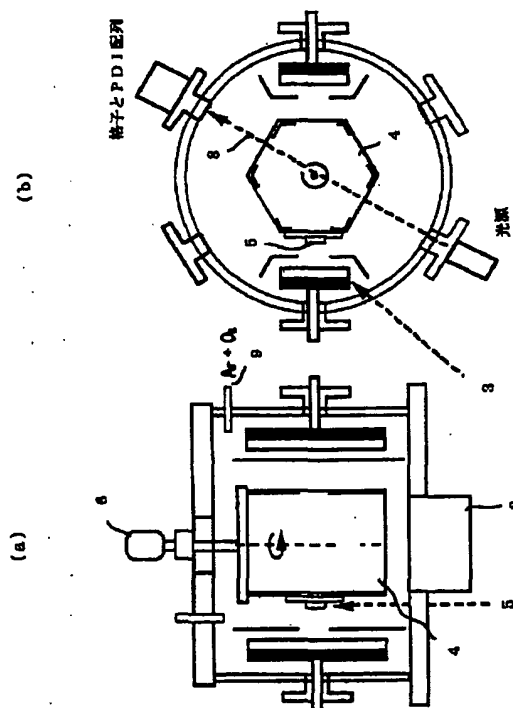
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 コーティングを基板上に堆積する堆積方法および堆積装置

(57) 【要約】

【課題】 比較的に高速で作動することができる自動堆積システムを提供すること。

【解決手段】 コーティングは少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る。層は、反応性堆積、好ましくは、スパッタリングによって堆積室内で順に堆積される。堆積層の厚さは、堆積層の光学的な測定によって層の堆積の間に1回またはそれ以上の回数決定され、堆積層から引き出された理論的値を前記測定から得られた対応する実際の値に適合する。処理変数は、前記理論的なモデルから有効な厚さが決定されるように堆積層の均質性を保証するように連続的に制御される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 堆積室で層の少なくとも一部を高速の反応性堆積で順に堆積し、前記堆積層の光学的な測定を行うことによって層の堆積中に1回またはそれ以上の回数で堆積層の厚さを決定し、堆積層のモデルから得られた理論的な値を前記測定から得られた対応する実際の値に適合させ、堆積層の均質性を保証するために処理変数を制御して前記理論的モデルから有効な厚さの決定を行う少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る複合的なコーティングを基板上に堆積する堆積方法。

【請求項2】 前記処理変数は、反応性ガス成分の流量である請求項1に記載の方法。

【請求項3】 前記流量は、全体の圧力をほぼ一定に維持するように制御可能である請求項1に記載の方法。

【請求項4】 前記反応性ガス成分は、酸素である請求項2に記載の方法。

【請求項5】 前記層は反応性スパッタリングによって堆積される請求項1に記載の方法。

【請求項6】 各層は最初高速で堆積され、厚さの決定が行われ、残りの必要な厚さが低速で堆積される請求項1に記載の方法。

【請求項7】 前記材料の少なくとも1つは、 Nb_2O_5 である請求項1に記載の方法。

【請求項8】 前記材料の少なくとも1つは、 SiC_2 である請求項1に記載の方法。

【請求項9】 堆積室で層を高速の反応性堆積で順に堆積し、前記堆積層の光学的な測定を行うことによって層の堆積中に1回またはそれ以上の回数で堆積層の厚さを決定し、前記堆積層のモデルから得られた理論的な値を前記測定から得られた対応する実際の値に適合し、堆積層の均質性を保証するために反応性ガスの流れを連続的に制御し、前記理論的モデルから有効な厚さの決定を行う少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る複合的なコーティングを基板上に堆積する堆積方法。

【請求項10】 前記反応性ガスの流れは、堆積処理の間に堆積室の全体圧をほぼ一定に維持するように制御される請求項9に記載の方法。

【請求項11】 各層は最初高速で堆積され、厚さの決定が行われ、残りの必要な厚さが低速で堆積される請求項9に記載の方法。

【請求項12】 所定の電力水準で1つの層の堆積の各段階の最後に反応性ガスの流速が記憶され、前記値は、同じ堆積条件および電力水準を有する次の層の対応する段階の開始値として使用される請求項9に記載の方法。

【請求項13】 堆積処理を監視し、リアルタイムで少なくとも1つの処理変数を制御しながら、反応性堆積室で前記層を順に堆積して各層に所望の特徴を与え、同じ材料のタイプの前の層の堆積の対応する段階の最後の処理変数の値に合致するようにその材料のタイプの第1の層を除いて各層の堆積の始めに少なくとも1つの処理変

数を設定する少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る複合的なコーティングを基板上に堆積する堆積方法。

【請求項14】 各層の主な部分は、高速で堆積され、各層の必要な残りの部分は比較的低速で堆積される請求項13に記載の方法。

【請求項15】 前記層は反応性スパッタリング方法を使用して堆積され、前記処理変数は、堆積室の所望な圧力を維持するために必要な反応性ガスの流量である請求項13に記載の方法。

【請求項16】 各層の特徴は、各層の堆積中に監視され、所望の特徴を達成するために処理変数が調整される請求項13に記載の方法。

【請求項17】 前記材料の少なくとも1つは、 Nb_2O_5 であり、プロセス制御変数は酸素の流量である請求項13に記載の方法。

【請求項18】 前記材料の少なくとも1つは、 SiO_2 であり、プロセス制御変数は酸素の流量である請求項13に記載の方法。

【請求項19】 前記基板を反応性堆積室に配置し、堆積処理を監視し、少なくとも1つの処理変数を制御しながら、各層に所望の特徴を与え、最初の期間の各層の堆積速度は、高速であり、最終的な期間は低速である少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る複合的なコーティングを基板上に堆積する堆積方法。

【請求項20】 前記堆積室に印加される電力水準は、堆積速度を比較的に低水準に低減するために前記最終的な期間に実質的に減少される請求項19に記載の方法。

【請求項21】 各層の特徴は、各層の堆積中に監視され、所望の特徴を有する層を達成するためにプロセス制御が調整される請求項19に記載の方法。

【請求項22】 各層の堆積中に、計画された特徴が達成されたとき堆積処理が停止され、層の特徴が決定され、もし、決定された特徴が所望の特徴と合致しない場合には、所望の特徴を達成するために必要な低速でスパッタリングが実行される請求項21に記載の方法。

【請求項23】 反応性堆積によって堆積される少なくとも2つの材料源を有する堆積室と、前記堆積層の光学的な特性を測定する前記室内の測定装置と、

堆積層のモデルから得られた理論的な値を前記光学的な特性の測定から得られた対応する実際の値に適合する装置と、前記有効な厚さの決定が前記理論的なモデルから行われるように堆積層の均質性を保証するために連続的に処理変数を制御する装置とを有する少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る複合的なコーティングを基板上に堆積する装置。

【請求項24】 前記制御装置は、反応性ガス成分の流量を制御する請求項23に記載の装置。

【請求項25】 前記制御装置は、前記室内の全圧をほぼ一定に維持するように前記反応性ガス成分の流量を制御するようにプログラムされている請求項23に記載の装置。

【請求項26】 前記反応性ガスは、酸素である請求項23に記載の装置。

【請求項27】 前記室はスパッタリング室であり、前記少なくとも1つの源はスパッタリング源である請求項23に記載の装置。

【請求項28】 前記少なくとも1つのスパッタリング源は高速スパッタリング源である請求項27に記載の装置。

【請求項29】 前記スパッタリング速度を制御する装置を有する請求項23に記載の装置。

【請求項30】 同じ材料のタイプの次の層の対応する段階の最初に使用する各層の堆積の各段階の最後のガスの流量を記憶するメモリを有する請求項29に記載の装置。

【請求項31】 前記基板を受けるスパッタリング室と、
スパッタリング処理を監視し、各層に所望の特徴を与えるようにリアルタイムで少なくとも1つの処理変数を制御する装置と、
所望の特徴を備えた層を達成するために記憶データによって少なくとも1つのプロセス制御を設定する設定装置とを有し、前記設定装置は、同じ材料のタイプの前の層の堆積の対応する段階の最後の処理変数の値に合致するようにその材料のタイプの第1の層を除いて各層の堆積の各段階の始めに少なくとも1つの前記処理変数を設定する少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る複合的なコーティングを基板上に堆積する装置。

【請求項32】 前記処理制御変数はスパッタリングにより形成された層の反応性成分の流量であり、前記監視装置は、前記スパッタリング室の所望の圧力を維持するために前記流量を制御する請求項31に記載の装置。

【請求項33】 堆積の各段階は所定の電力に対応する請求項31に記載の装置。

【請求項34】 前記基板を受けるスパッタリング室と、
スパッタリング処理を監視し、各層に所望の特徴を与えるようにリアルタイムで少なくとも1つの処理変数を制御する装置と、
各層の堆積速度を制御する速度制御装置とを有し、前記速度制御装置は、最初の期間は高速で最終的な期間は低速で各層を堆積するようにプログラムされている少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る複合的なコーティングを基板上に堆積する装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、光学的な複合的な

複数層コーティングを基板に堆積する方法および装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 通信、科学的な器具、光学機械等のような異なる多数の分野において、進歩した用途の要求に合致するようにさらに複合的な光学的な薄いフィルムコーティングのニーズがある。過去において、設計技術、堆積装置および厚さ監視機器の制限によって、所望のフィルタ仕様を達成することは不可能であった。しかしながら、これらの3つの分野における最近の進歩によって、さらに複合的なコーティングを設計および製造することが可能になった。

【0003】 例えば、光学的な薄いフィルムの設計の領域において、所定の材料の組に対して設計を開始することなくコーティングを設計する能力においてここ数年に劇的な改良がなされた。薄いフィルムの設計の技術の状態は、すべてに合致するが、最も厳しいフィルタの要求にも合致する非常に複合的なコーティングが現れる点まで進歩した。

【0004】 第2の進歩は、過去20年にわたって薄いフィルム製造の分野を劇的に変化した有効な堆積方法にある。従来は、大部分の光学的なコーティングがe-ビーム蒸着または熱蒸着を用いて広範に製造されていた。しかしながら、これらの方法によって堆積された材料は、通常非常に多孔性であり、それらが特別に保護されない限り、湿気および温度上不安定なフィルタが形成される。イオン補助蒸着、反応性イオンめっきおよび電磁スパッタリングのような新しい効果的な堆積方法は、大きい特徴を有するフィルムを形成し、この特徴は、温度および湿度の良好な安定性を有するフィルタを形成する。さらに重要なのは、これらの効果的な技術によって堆積された材料は、作動上非常に再現性がある光定数を有する。大きい材料および光定数再現性によって、それは、ルーチンベースで複合的な光学的なコーティングを製造することがさらに容易に実行できる。

【0005】 第3の進歩は、堆積中にフィルムの厚さを制御し監視するために使用される方法である。特に、光学的な監視技術は、ここ10年において非常に改良された。現在、精巧で廉価な可視領域の広帯域のモニタが容易に利用することができ、赤外線フォトダイオードアレイがさらに普及した。これらの広帯域のモニタによって、堆積層の厚さを正確に決定することが可能である。

【0006】 過去において、フィルタの量が制限されている場合において、たとえ、このような普及型またはプロトタイプのコーティングについて大きな市場がある場合であっても、少量の複合的で薄いフィルムのフィルタを設計および製造することは経済的ではなかった。この理由の一部は、コーティングを設計するためにかかる時間であり、フィルタをうまく製造する前に、行わなければならない試行的な堆積作業の回数である。さらに、堆

積装置がコーティングを正確に堆積することを保証するために作業者が常に介入することを必要とすれば、そのコストはさらに増大する。

【0007】1991年に、堆積処理中に作業者の介入を必要とすることなく、複合的な光学的なコーティングを機械的に自動的に日常的に製造する自動堆積システム(ADS)を開発するためにカナダのナショナルリサーチ会議で1つのプロジェクトが開始された。

【0008】NRCCでの元のrfADSは、回転可能な基板を有するクライオポンプ室と、3つのrfスパッタリング・ターゲットと、以下に詳細に説明する広帯域光モニタとを有する。ターゲットおよび室は、コロナ真空コータによって設計され製造された。ADSにおいて、スパッタリング・ターゲットおよび基板は、垂直方向に取り付けられる。ターゲットは、システムが絶縁層においてrf反応性スパッタリングを使用するように金属または半導体である。rfスパッタリングを用いたNb₂O₅およびSiO₂のような材料の通常の堆積速度は、~12cmの標的から基板の距離、~3mトールの全体圧力および~1.0の酸素対アルゴンの流れ比の場合において、~0.1nm/sである。この基板は、種々のターゲット位置に基板を揺動するために用いられるステップモータによって制御される。この堆積装置は、(Brook Automation社(カナダ)のPAL68000コントローラとして知られている)テクウエアシステムによって制御される。オペレータは室を真空にし、堆積作業を開始し、室を換気する多数の異なるシーケンスを自動的に開始する。

【0009】リアルタイムの処理制御アルゴリズムは、低速の堆積、すなわち、0.1nm/sの堆積速度においてフィルムの堆積厚さを正確に制御する。この技術は、十分に広いスペクトル範囲で正確で確かな透過率の値を得ることができる広帯域の光モニタを必要とする。また、ターゲットと基板の距離が小さい場合、スパッタシステムにおける層の堆積を連続的に監視することが困難なので、この方法は、層の堆積の最後で1つまたは2つの透過率の測定を行う。

【0010】光学モニタは、水晶ハロゲンランプ源と、光分配光学装置、広帯域検出器とを有する。光源から平行にされた光は、室を貫通し、シャッタを通る光を光ファイバの束の円形の開口に集束する無色レンズによって集められる。束の他の端部において、ファイバは、モノクロメータへの入口にスリットを形成するように配置される。この光は、512エレメントのHamamatsuフォトダイオード配列に分散される。光モニタが380nmから860nmのスペクトル範囲で測定するように格子が選択される。絶対透過率の測定を行うために、光モニタの光路の内外に基板を回転することが可能である。これは、基板を有する場合でも、有しない場合においても強度の測定を可能にすることができる。背景を引

いた後に基板の絶対透過率を提供するためにこれらの測定値は正規化される。この測定方法は完全に自動化される。

【0011】ADSシステムの最後のキーエレメントは、統合された薄いフィルムプログラムであり、このプログラムは、ADSによって堆積された材料の光定数に基づいて、まず、複合的な複数層のコーティングを構成するために使用することができ、次にコーティングの製造を管理するために使用することができる。このプログラムは、光学モニタの絶対透過率の測定から現在または前の層の厚さを決定することができる。さらに、このプログラムは、所望のフィルタ仕様を達成するために堆積中の任意の時間に複数層システムの他の層を再び最適化することができる。

【0012】このプログラムは、実際の堆積装置に関する詳細を知る必要のない方法で堆積コントローラと統合される。それが堆積すべき特別の層を必要とするとき、それは層の材料、所望の厚さおよび処理名を出力するのに十分である。このコントローラソフトウェアは、基板が向くように回転される標的、基板が標的の前にある時間の長さ、および堆積中に使用される堆積パラメータを決定するために情報を解釈する。薄いフィルムコントロールアルゴリズムとこの方法における堆積システムを分離することによって、薄いフィルムプログラムに影響を与えることなく堆積システムおよび方法を完全に変化させることができる。

【0013】堆積中の所定の層において、厚さプロセス制御アルゴリズムは、基本的に三段階の動作を有する。

I. 層堆積の終結

II. 堆積される層の厚さの決定

III. 他の層の厚さの最適化

【0014】ADSに関しては、段階I. およびII. が一緒に組み合わせられる。層の堆積の終結に関連する第1の段階は、スパッタ堆積がこのシステムで使用されるので時間のみをベースにすることができる。堆積の不確実性は、合理的によく制御された処理において、通常は、1-3%台であり、これは、所望の層の厚さの度を越さないことを強制し、最初に特定された標的の厚さは、所望の厚さの約95%乃至97%である。このサブ層が一旦堆積されると、実際に堆積される層の厚さ、すなわち、段階II. を決定する必要がある。上述したように、これは、問題の基板またはウイットネススライドで直接測定した広帯域のモニタ測定を実行することによって達成される。薄いフィルムプログラムは、堆積された現在の層の厚さを決定するためにこの情報を使用する。層の厚さが、所望の厚さに関して特定の厚さの公差内でない場合、段階I. およびII. を繰り返すことができる。他の層の厚さは、通常非常に薄い、すなわち、5nm未満なので、堆積速度の不確実性は、第2のサブ層についてあまり重要ではない。また決定された層の厚

さは、必要なサブ層の数を最小限にするために現在の堆積速度を更新するためにこの情報を使用するコントローラに戻される。最終的な段階は、一旦層が完成すると、他の層の厚さを再び最適化することに関連する。いくつかのフィルタについて、この段階は必要ではないが、他のフィルタに関しては、もし所望のフィルタの仕様が合致する場合にはこの再適化は、重要である。

【0015】ADSの良好な性能でフィルタを製造する上で重大なのは、堆積されたフィルタを正確に成形することができるという前提である。これは、経験的な透過率データに基づいて層の厚さを正確に決定することを可能にする。もしこれが達成されない場合には、複数層の製造を正確に制御することは不可能である。有利なことには、材料の光学的な定数は、よく特徴付けされる場合には、層の決定に関する問題は、通常は、層の決定方法を変更するか、複数層の分解を調整することによって処理される。薄いフィルムプログラムを用いて、コーティングを製造する前にADSで堆積処理をシミュレートし、層の決定計画を受け入れることができるかどうかを見ることが可能である。

【0016】層の決定処理を設定する際に、製造されるフィルタの性質に依存する多数の要因を考慮することが必要になる。例えば、層が堆積した後、フィルタの透過率にの変化が検出可能であるように、層の厚さが最小限であることが要求される。もし、複数層が製造され、その結果のフィルタ性能が仕様内にない場合には、堆積処理の間に行われるすべての透過率の測定が省かれるので、再生モードに入ることが可能である。この特徴によって、オペレータは、複数層の堆積を迅速に検証し、問題の層がある場合には正確に指摘することができる。また、さらにより解決法が得られるかどうかを見るために再生モードでいくつかの層の決定パラメータを再調整することができる。例えば、所定の層の厚さを正確に決定することは、複数層のシステムに依存しているので困難である。この場合、時間のみによって現在の層を堆積し、次の層を堆積した後、透過率の測定を使用し、双方の層の厚さを正確に決定することが最もよい。他の層を再び最適化することは、これらの層において厚さのエラーを計算に入れるために使用することができる。

【0017】多数の異なるタイプのフィルタは、過去何年かにわたってrf-ADで製造された。これらは、エッジフィルタ、狭い帯域の透過率フィルタ、ノッチフィルタ、色度測定、非反射フィルタ、カスタムバンドパスフィルタ、並びに金属/誘電コーティングのような全誘電コーティングを含む。

【0018】rf-ADSは、複合的な光学フィルタを自動的に製造することができることが証明された。しかしながら、生産堆積システムとして使用を阻害するこのシステムに対するいくつかの制限、すなわち、低堆積速度、およびいくぶん制限される厚さの均一性がある。い

くつかのフィルタの設計は、堆積するのに21時間かかる。よって、堆積速度を非常に増大すると同時に厚さの均一性を増加することが非常に有利である。

【0019】近年、0.7nm/s台の速度でフィルムを堆積することができる高速スパッタ源が利用できるようになった。都合のよくないことに、このようなスパッタ源を使用するとき、フィルムの厚さを必要な程度の精度で決定することができないことが分かった。その結果、低速で作動するADSシステムは、低速ではよく作動するが、市販される速度では自動的に複合的なフィルムを堆積するために使用することができない。

【0020】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、比較的高速で作動することができる自動堆積システムを提供することである。

【0021】

【課題を解決するための手段】従って、本発明の1つの側面によれば、堆積室で層の少なくとも一部を高速の反応性堆積で順に堆積し、前記堆積層の光学的な測定を行うことによって層の堆積中に1回またはそれ以上の回数で堆積層の厚さを決定し、堆積層のモデルから得られた理論的な値を前記測定から得られた対応する実際の値に適合し、堆積層の均質性を保証するために処理変数を制御して前記理論的モデルから有効な厚さの決定を行う少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る複合的な複数層コーティングを基板上に堆積する堆積方法が提供される。

【0022】例えば、測定される光学的な測定の特性は、1つまたはそれ以上の波長の透過率、屈折率または偏光解析値である。理論的な値は、モデルの計算されたデータを測定データに適合するために理論的なモデルに堆積層の1つまたはそれ以上の層を調節することによって得ることができる。

【0023】堆積速度を増大するために、二つのac-マグネトロン源を使用する。これらのマグネトロン源によって0.7nm/秒台の高速を得ることができる。この仕様において、高速は、通常、0.5nm/s台以上の堆積速度を言い、低速は、0.1nm/s台の堆積速度を言う。しかしながら、上述したように高速源が使用されるとき、堆積層の厚さを正確に決定することができないことが分かった。

【0024】発明者は、これが、高速源を使用するときの堆積される非均一な性質によるものであることを知得した。この性質は、堆積電力が変化したとき、処理変数がうまく制御されないことによって化学量論的な喪失から生じるものである。例えば、Nb₂O₅の反応性スパッタ堆積の場合、層は、酸素およびアルゴンが存在するスパッタリング室のニオブウム(Nb)ターゲットを射突することによって正規に堆積される。NbおよびOの原子は、ターゲット面から放出され、基板の表面で化合

してNb₂O₅を生成する。さらに、プラズマからの酸素原子は、基板の表面で成長するフィルムと相互に作用する。また酸素は、室の壁に堆積した余分のニオブウムによって取り除かれる。もし、Nb標的に適用される電力が変化する場合には、これは、Nb原子の堆積速度を変化させ、これは、酸素のゲタリングに非常に影響を与える。これは、もし酸素流が一定に維持される場合には、室内の酸素の低圧および高圧の部分圧を生じる。もし堆積電力が変化し、一定の酸素部分圧を維持するために酸素流を迅速に調整しないならば、成長フィルムの化学量論に影響を与える。低電力である間に、流速の調整を十分に迅速に調整することができるが、これは高電力では真実ではない。これは厚さ方向に堆積フィルムの異質性を生じる。同種のフィルムが堆積されることが仮定されるので、これらの異質性は、ADS厚さ決定アルゴリズムに影響を与える。

【0025】好ましい実施例において、フィルムの同質性は、ガスの一定の部分圧を維持するように反応ガス、通常酸素の流量を変化することによって達成される。

【0026】最初に高速で層を堆積し、測定された透過率と、層が同質であるという仮定の下に計算された透過率とを比較することによって透過率測定値から厚さを決定することが好ましい。次に残りの厚さが低速で堆積される。通常、所望の層の厚さの95-97%が高速で堆積される。もし、厚さの測定値が、適当な厚さを越えていることを示すならば、残りの層について補償調整が行われる。

【0027】他の側面によれば、本発明は、堆積処理を監視し、リアルタイムで少なくとも1つの処理変数を制御しながら、反応性堆積室で前記層を順に堆積して可変電力設定を可能にし、各層に所望の特徴を与え、同じ電力設定の同じ材料のタイプの前の層の堆積の最終段階の最後の処理変数の値に合致するようにその材料のタイプの第1の層を除いて各層の堆積の始めの少なくとも1つの処理変数を設定する少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る複合的な複数層のコーティングを基板上に堆積する堆積方法を提供する。

【0028】上述した処理変数は、通常、反応性ガス、例えば酸素の流量である。

【0029】さらに本発明は、反応性堆積によって堆積される少なくとも2つの材料源を有する堆積室と、前記堆積層の光学的な特性を測定する前記室内の測定装置と、堆積層のモデルから得られた理論的な値を前記光学的な特性の測定から得られた対応する実際の値に適合する装置と、前記有効な厚さの決定が前記理論的なモデルから行われるように堆積層の均質性を保証するために連続的に処理変数を制御する装置とを有する少なくとも2つの材料のタイプの複数層から成る複合的な複数層のコーティングを基板上に堆積する装置を提供する。

【0030】

【発明の実施の形態】本発明の一実施例を添付図面を参照してさらに詳細に説明する。

【0031】図1に示すように、円筒形スパッタリング室は、クライオポンプ2と、2つのスパッタ源3と、基板5を支持するケージ4とを有する。このケージ4は、ステップモータ6を有する垂直軸線の周りで回転することができる。

【0032】基板5は、2つの垂直方向の、金属または半導体ターゲットの前方に配置される。酸素の層を得るために、マグネトロン源は、Arおよび酸素ガスで充填された室内で作動される。

【0033】また室は、光源6を有し、基板が光ビーム8内にあるようにケージを回転することによって光透過率の測定を行うことができるように光源6の反対側に格子およびPDA（フォトダイオード配列）7がある。光モニタシステムは、400乃至800nmスペクトル領域で基板の透過率を測定することができる。入口9は、アルゴンおよび酸素混合物を入れ、圧力センサ10は、正規には約3mトルである室内の全体圧を測定する。

【0034】スパッタ源3は、40kHz、10kWアドバンスエネルギー電力供給源に接続された2つのデュアルACマグネトロン源（ $\sim 8 \times 40$ cm）から成る。2つのデュアルACマグネトロン源および室は、日本の東京のシンクロン社によって製造されている。このシステムは、ブルックオートメーション（カナダ）によって製造されたTecware +コントローラである処理コントロールコンピュータ12によって制御される。他のコンピュータ13は複合的な複数層のシステムの堆積用のリアルタイム処理コントロールアルゴリズムでプログラムを実行する。この光学モニタは、HamamatsuPMA-50の光学モニタである。

【0035】基本的な制御システムは第2図に示される。このシステムは、一方がプロセス制御、他方が厚さ決定処理用の2つのコンピュータ12、13を使用するが、それは2つの処理のために共通のコンピュータを使用することができる。それはこの技術分野の当業者によって理解されるであろう。各コンピュータは、各メモリ16、17と関連する。

【0036】コンピュータ12は、厚さ決定コンピュータ13および圧力センサ10からの入力を受け、室内の全圧を測定する。これは酸素の部分圧に比例する。なぜならば、アルゴンは十分には変化しないからである。コンピュータ12は、制御ユニット11で酸素流量を変化させることによって、酸素の部分圧を維持する。コンピュータ12は電力制御ユニット14で源3に適用される電力水準を制御することによって堆積速度を制御する。

【0037】堆積が始まる前に、所望のフィルタ構成がコンピュータ13にダウンロードされる。基板が堆積室に配置され、ADSの圧力が自動的に低下され、それは、所定の時間すなわち、ベース圧力が承認できる水準

に達するまで待機する。この時点で、室内でプラズマが点火され、スパッタリングターゲットが予めクリーンにされる。堆積システムが準備されたとき、コントローラは、薄いプログラムからの第1の層に関する情報を要求する。

【0038】図3に示すように、プログラムは、まず現在の層を細別し、次に所望の厚さおよび層(B)の処理名と共に現在の層の材料名を送る。コントローラは、特定の層の堆積のスパッタリング時間を計算し、堆積パラメータを変更した後、所望の時間適当なターゲットに基板を回転する。層を高速、すなわち、通常は0.7 nm/秒で堆積した後、コントローラは、薄いフィルムプログラムを実行し、これは、380乃至860 nmのスペクトル領域上で基板の広帯域光学モニタ透過率測定を開始する(D)。

【0039】薄いフィルムプログラムは、このデータを使用し、計算された透過率データと最もよい適合を見つけることによって堆積される実際の層の厚さを決定する(E)。これは、測定データと最良の合致が得られるまで、理論的なモデルで層の厚さを調整することによって達成される。

【0040】もし、堆積による厚さが十分ではない場合には(F)、ステップ(B)乃至(E)は、厚さが所望の厚さの特定の公差内になるまで、低速で通常0.1 nm/sで繰り返される。堆積された厚さが厚すぎるとき、または予測されるフィルタ性能が承認できない場合には、次の層が堆積される前に(H)、残りの層の厚さを最適化することができる(G)。この処理は、すべての層が堆積されるまで繰り返される。しばしば、堆積中に再最適化は必要ではなくなる。なぜならば、層の厚さの制御は、1 nm以内またはそれ以上に正確に行われるからである。

【0041】反応性スパッタリングにおいて、(酸素または空素のような)反応性ガスは、アルゴンと共に堆積室内に導入される。ガス流が十分に早いときに、誘電(絶縁)層がターゲット表面に形成される。この方法は、ポイソントラゲットモード・スパッタリングとして知られており、それは、ほとんどまたは全く吸収のない最良の品質を生じる。正のArイオンは、基板をコートする金属および酸素原子の双方を放出する。さらに、プラズマ内の酸素原子は、基板上の成長絶縁フィルムと反応する。DC電圧がターゲットに適用されるとき、絶縁層はすぐに充電され、プラズマが消え、スパッタリングが停止する。これを避けるために、AC電圧のrfがターゲットに適用される。これによって、ターゲット上に負の電圧が維持され、スパッタリング処理が維持される。

【0042】反応性マグネトロンスパッタリングによって生じたフィルムが正しい組成成分(化学量論的に)を有することが重要である。室内の酸素(反応性)ガス金属

ターゲットからの酸素層の堆積を考慮する。もし、室内の酸素があまりにも多い場合、または余りにも少ない場合には、フィルムの屈折率が変化することが経験的に分かっている。また、化学量論的な欠如は、フィルムの吸収の増大につながる。例えば、その圧力以下で金属フィルムの近くでカバーされない金属モードでスパッタリングが起こる、酸素の部分圧がある(図4参照)。この酸素の部分圧以上で、ターゲット表面は、一部または全体が酸化され、ほとんどまたは全く吸収のない酸化フィルムを生じる。この理由によって、通常、動作酸素部分圧は、この遷移酸素部分圧以上の安全値になるように選択される。

【0043】反応性スパッタリング処理の間に、アルゴン流が一定であると仮定すれば、酸素流は、室内でアルゴンおよび酸素の一定の全体圧を維持するように調節される。スパッタリングが生じるようにマグネトロントラゲットに十分に高い電力が加えられる。基板上におよび室の壁に堆積された金属は、室内の酸素ガスと反応し、化合物を生成する。その結果、第1の室内の自由酸素の量は、減少する。(酸素の選択的な供給と同様のこの処理は、“ゲッタリング”として知られている。)しかしながら、この方法は、アルゴンの流れを一定に維持しながら、アルゴンおよび酸素の全体の一定圧を維持するので、酸素の流れは増加する。やがて、安定した状態が再び確立される。この安定した状態を得るために必要な時間は、マグネトロンに加えられる電力量および酸素流を制御するPIDパラメータに依存する。

【0044】図5の概略図から分かるように、低電力において、酸素流量は小さく、薄いフィルムの堆積に必要な時間に回復が迅速で酸素流は比較的に安定している。高電力スパッタリングの間に、ゲッタリングは非常に大きく、所定のフィルムの厚さを堆積するために必要な時間は、低速の堆積に比較してさらに短い。その結果、酸素流量は、層の形成の間に非常に顕著に変化する。酸素流量の変化は、酸素の部分圧の変化を生じる(図6)。これは、層内の屈折率の変化を生じる。図7の概略図は、低速で堆積される大部分のフィルム上で屈折率が一定であることを示す。しかしながら、高速において、ガス使用法を使用することによって、コーティングの屈折率は、コーティングにわたって変化する。室内の酸素部分圧の変化は、ガススキャタリングを通るフィルムの品質に大きな影響を与える。これは、フィルムの微小構造および屈折率に影響を与える。これらの影響は、層の低速の堆積において余り重要ではないが、高速の堆積において屈折率の異質性によっていくつかの問題を生じる。

【0045】低速では、同じ材料の各層の堆積において同じ最初の(固定)酸素ガスを割り当てながら、一定の全体のガス圧およびアルゴンの一定流を維持することができる。電力が変化するとき、フィルムの吸収を避け

るために、最初の固定値は、安定した状態のスパッタリングの間に必要とされるもの以上の過剰な酸素流を提供する。よって酸素流は、この場合において低下する。ガス制御アルゴリズムは、ガス圧全体を一定に維持するために酸素ガス流を自動的に調整する。PID酸素流制御パラメータは、全体のガス圧の変化を避けるために選択される。このアルゴリズムは、堆積電力が変化したとき、または、ガス送り速度がゆっくりと変化する場合には、自動的に酸素ガス流を調整する。上述した方法は低速では満足のゆくものであるが、高速では全く不適當である。

【0046】図8は、大きな定数の動力がニオブウム的高速のacマグネトロンの源に加えられた後に、時間の関数として、経験的に測定された酸素流を示す。旧式のガス制御方法は、4つの別になったNb₂O₅を堆積するために使用される。(Nb₂O₅層の間においては、SiO₂層も堆積される。)同じ最初の酸素流量が各層の始めに使用される。この量は、吸収問題を避けるために十分に高い。酸素流は、全体のアルゴンおよび酸素圧を一定に維持するために調整される。酸素圧において大きな低下があることが分かる。供給速度における変動は酸素圧が4つの層において安定化される異なる水準に要因がある。

【0047】図9は、酸素流の変化から生じる対応するニオブウムターゲット電圧を示す。ターゲット電圧は、堆積状態が安定位置するとき、およびフィルムの屈折率が一定であるとき、良好に指示される。これらの曲線の間の合意はさらによいが、各層の堆積の始めにおいては大きい変化がある。4つの層が著しい屈折率の非均質性を有することは確かである。

【0048】層の屈折率の非均質性は、厚さ制御方法の精度に大きな影響を与える。ADSに複合的な複数層フィルタを堆積する上で重要な点は、透過率の値に基づいて層の厚さを正確に決定することである。厚さを決定する本方法は、すべての層が均質であるモデルを仮定する。このモデルは、もし、層の屈折率に非均質性がある場合には、もはや、有効ではない。非均質性を計算に入れるためにモデルを変形することは実際的ではない。これは、分析を非常に複雑にし、これらの非均質性が層によって、またプログラムの実行によって変化するという事実において使用することを可能にするためには非常に複雑なモデルを使用しなければならない。また、大きな非均質性の存在が無視される場合には、その後、厚さを決定するソフトウェアが正しくない厚さに対応するように起動される。これが起こると、所望のフィルタを正確に堆積することは全く不可能になる。

【0049】図10はこの一例を示す。図10は、Nb₂O₅およびSiO₂に基づいて、上述したガス制御アルゴリズムで図3に概略的に示された処理制御を使用して高速acマグネトロンスパッタリングによって生じた

3つの35層の2つのピーク干渉フィルタの測定された透過率曲線を示す。このフィルタの屈折率プロフィールを図11に示す。所望の層の厚さの最初の95-97%が高速で堆積されるが(これは市販されている装置のために必要である。)、残りの3-5%は、所望の全体層の厚さを正確に得るために低速で堆積される。動作において繰り返し性がよくないことおよびフィルタが、通常有すると仮定される矩形のバンドパス形状を有しないことに留意すべきである。これらの問題は、システム内の個々の層の屈折率の非均質性から生じる厚さ決定の問題に直接影響する場合がある。

【0050】この問題をなくする上で重要な要因は、再び安定化する時間、従って、低速および高速の反応性スパッタリングの双方によって堆積された層の非均質性を低減することである。最初のガス流は、低電力および高電力設定の双方によって各層の同じ(固定された)最初の酸素ガスによるよりも、同じ電力条件の下で堆積された最後の層において同じターゲットの酸素ガス流に基づいている。すなわち、もし酸素ガス流が高速で堆積されたNb₂O₅の最後の近傍で10.0 sccmである場合には、同じ高速でのNb₂O₅の次の堆積における最初の酸素ガス流は、10.0 sccmの値に指定される。これにより、さらに迅速に安定化することができ、フィルムに存在する非均質性を低減する。

【0051】図12は、層の堆積方法を表すフローチャートである。図3に示す反応性rfスパッタ堆積方法のプロセス制御のフローチャートのステップB-Eは、図13に示されるステップと置換することができる。層と処理(高速、低速)情報が与えられ(A)、プロセスコントローラが同じ処理条件、すなわち、同じ電力水準でスパッタ処理される同じ材料の前の堆積の最後の酸素流量を検索する(B)。層が堆積され(C)、層の堆積が終結する直前の酸素流量が同じ材料の次の層が堆積する間に記憶される(D)。層のシステムの透過率は広帯域の光学モニタで測定され(E)、層の厚さが決定される(F)。

【0052】プロセス制御を組み込んだ完全なフローチャートは、図13に示される。各コーティング材料a, b, cの異なるブランチがあり、ボックス(D)および(E)が各高速および低速の堆積に対応する。これらのボックスの各々は、図12に示すステップのすべてから成り、それらは、流量が異なり、従って、メモリ16の異なる場所に記憶され、検索される。

【0053】新しいガスプロセス制御法が適用される時間を除いて上述した実験が繰り返される。図14は、5つの異なるNb₂O₅の反応性堆積の間にacマグネatron源に一定の高電力が加えられた後、時間の関数として示された酸素流を示す。(Nb₂O₅の間に、SiO₂層が堆積された。)このとき、同じ高電力で堆積された各Nb₂O₅の最初の酸素流量は、同じ高電力で堆積

された最後の各 Nb_2O_5 の堆積の最後の流量の値に等しく設定される。繰り返すと、アルゴン流は、一定であり、酸素流は、全体の圧力($\text{Ar} + \text{O}_2$)を一定に維持されるように調整される。酸素流はこの新しいガス圧力制御によって迅速に安定化されることがこの図面から分かる。図15は、図14に示す酸素流の変化から生じる、時間による経験的に測定されたターゲット電圧の変化を示す。またターゲット電圧は、非常に迅速に安定化され、さらに繰り返し可能であることを示すことが分かる。ターゲット電圧は、堆積状態が安定しているとき、よって堆積層の屈折率が一定であるとき、良好に示されている。

【0054】図16は、図12および図13に概略的に示されたプロセス制御システムを使用して5つの別の堆積動作においてつくられる、経験的に測定された2つのピークの干渉フィルタの透過率の曲線を示す。フィルタの形状がすぐれており、非常に良好な作動上の再現性があることが分かる。ピークの位置は設計波長の仕様の0.2nm以内である。図17で分かるように、対象となるスペクトルの範囲が420と580nmの間にのみある場合であっても、400乃至900nmの空間的な範囲上では非常に良好である。前述したADSの厚さ制御アルゴリズム、高速acマグネトロン堆積源および新しいADSガスプロセス制御は、前にかかった時間の1/5乃至1/10で複合的なフィルタの自動的な有効な堆積を可能にする。これは、本ADSシステムを市販することを可能にする。

【0055】 Nb_2O_5 、 SiO_2 、 Al_2O_3 および ZrO_2 を含む材料の数がこのシステム上で堆積される。特に、 Nb_2O_5 、 SiO_2 の速度は、 $\sim 0.7\text{nm/s}$ であった。これは、堆積するのに21時間かかったものがわずかに堆積に3時間かかるフィルタを意味する。静止した基板において、厚さの均質性は、 $70 \times 70\text{mm}$ の面積で $\pm 2.5\%$ および $110 \times 140\text{mm}$ の面積で $\pm 2.5\%$ である。他の一連のフィルタ構成は、前のrfシステムの反復性と合致する作動上の良好な反復性を示すように堆積される。

【0056】1つのこのような代表的なフィルタはエッジフィルタである。この58層のコーティングの屈折率のプロフィールを図20に示す。同じ波長でエッジフィルタを正確に配置するために、5つの分離した配置作業が実行され、フィルタの正規の入射透過率の値が図18に示されている。前述したシステムは、すぐれた再現性を有することがこの図面から明らかである。ADS-Iの精度は、エッジ波長が5つの堆積作業上で0.3nm以上は変化しないことを示す図9に示されている。

【0057】上述した結果によって、要求仕様に合致するために複合的なフィルタを構成することが可能だけでなく、それらを実際に自動的に、ルーチンベースで製造することが可能であることを確認することができ

る。さらに、高速の堆積および良好な厚さの均質性でこれらのコーティングをつくることが可能である。薄いフィルムの設計における進歩および製造技術における進歩によって、作業者が詳細なフィルタ使用をフィルタを自動的に設計し製造するシステムに入れることができる薄いフィルム設計および堆積装置を有することが近い将来に可能になる。

【0058】本発明をスパッタリングに関して説明したが、反応性イオンスパッタリング、反応性イオンめっき、またはイオン補助堆積のような他の形態の反応性堆積にも適用できることは理解できよう。

【図面の簡単な説明】

【図1】高速の堆積を行うことができるスパッタリングシステムの概略図である。

【図2】制御システムのブロック図である。

【図3】本発明に適用することができる処理制御システムを示すフローチャートである。

【図4】 Nb_2O_5 の層の酸素部分圧の関数として屈折率の変数を示す。

【図5】低速および高速の堆積の時間の関数として酸素流を示すグラフである。

【図6】低または高電力をマグネトロン源に適用した後、時間の関数としての酸素の部分圧を示す。

【図7】高電力および低電力で堆積された層の屈折率の異質性を示すグラフである。

【図8】連続的な Nb_2O_5 層を堆積したとき、各層の時間の関数として酸素ガス流量を示すグラフである。

【図9】連続的な Nb_2O_5 層を堆積したとき、各層の時間の関数としてのターゲット電圧を示すグラフである。

【図10】同じ電力水準で前の層の最終工程の最後の値に堆積の始めの酸素流量を設定することなくつくられた2つのピークの干渉フィルタの透過率曲線を示すグラフである。

【図11】図10の2つのピークの35層の干渉フィルタの屈折率プロフィールを示すグラフである。

【図12】高電力および低電力で使用するのに適した本発明の二段階の堆積方法の一部を示すフローチャートである。

【図13】完全な二段階の堆積方法を示すフローチャートである。

【図14】同じ電力水準で前の層の最終工程の最後の値に堆積の始めの酸素流量を設定することによって堆積されるいくつかの層において時間の関数としての酸素流量を示すグラフである。

【図15】第14図によってつくられたシステムのいくつかの層において時間の関数としてターゲットの電圧を示す。

【図16】本発明の方法によってつくられる2つのピークの干渉フィルタの透過率を示すグラフである。

【図17】 ボーダスペクトル領域の第16図の2つのピーク干渉フィルタの透過率を示すグラフである。

【図18】 本発明によって製造された複数層のエッジフィルタの5つの異なる作動の繰り返しテストの結果を示すグラフである。

【図19】 本発明によって製造された複数層のエッジフィルタの5つの異なる作動の繰り返しテストの結果を示すグラフである。

【図20】 図18に示したエッジフィルタの屈折率を示す図である。

【符号の説明】

1 真空室

2 クライオポンプ

3 スパッタ源

4 ケージ

5 支持基板

6 ステップモータ

7 PDA

8 光ビーム

9 入口

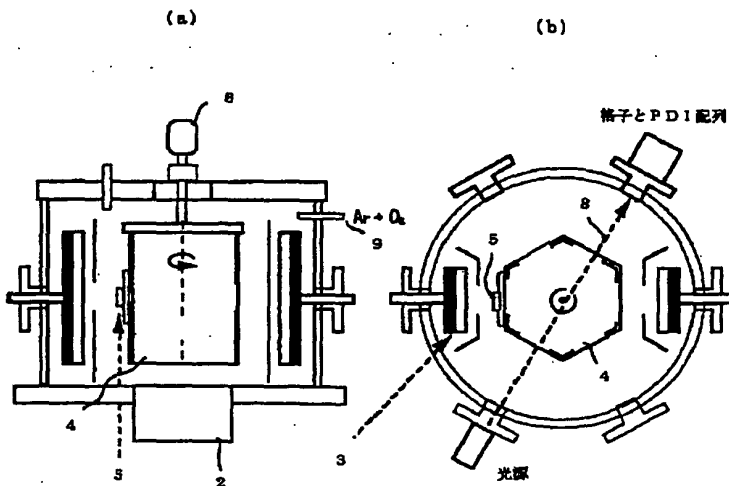
10 圧力センサ

11 酸素流制御

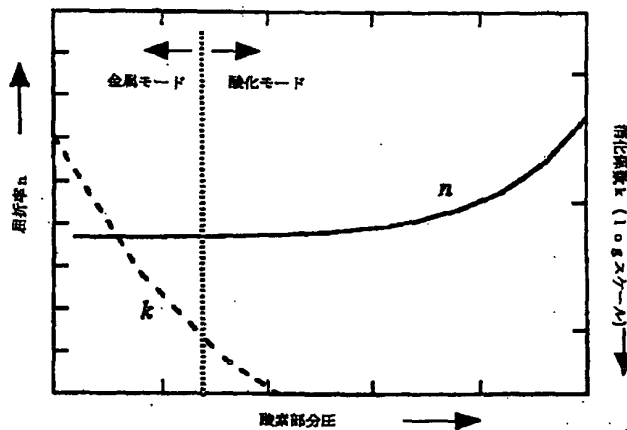
12 プロセス制御コンピュータ

16, 17 メモリ

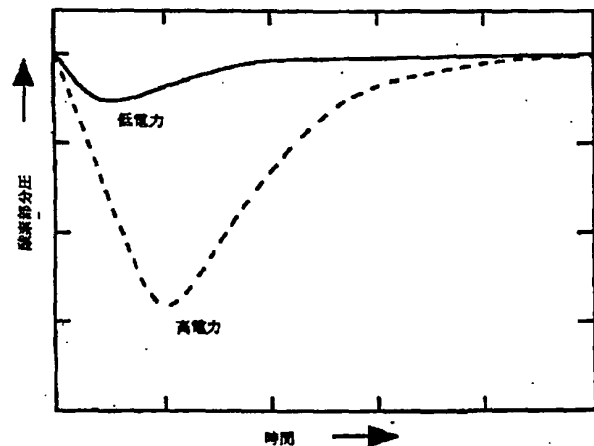
【図1】



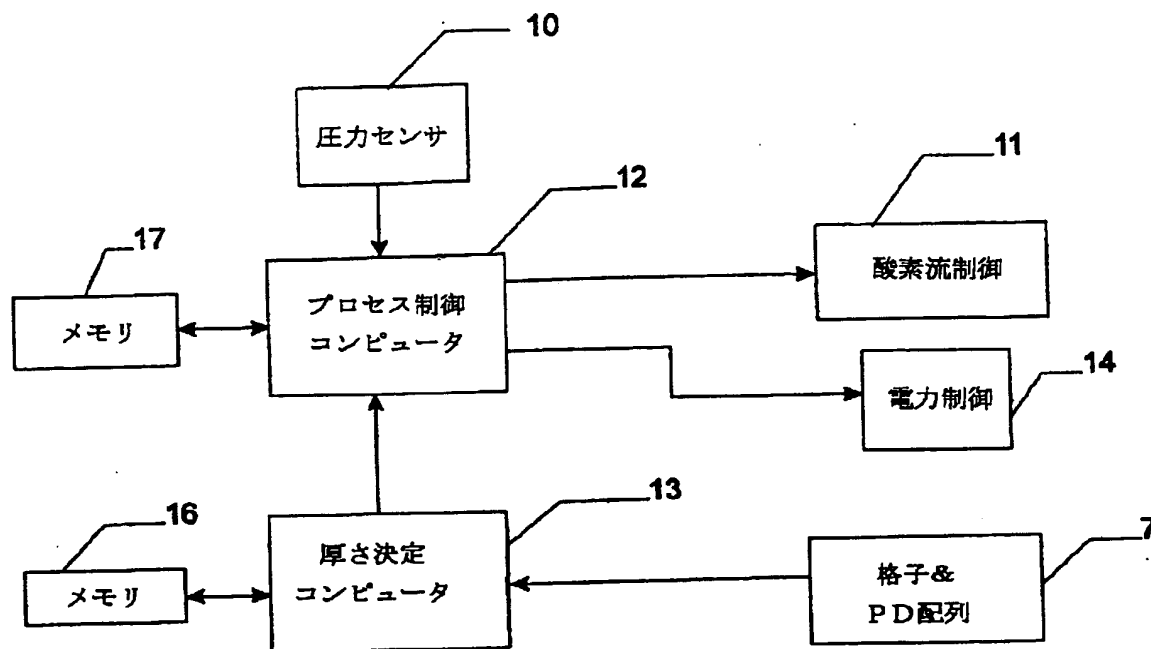
【図4】



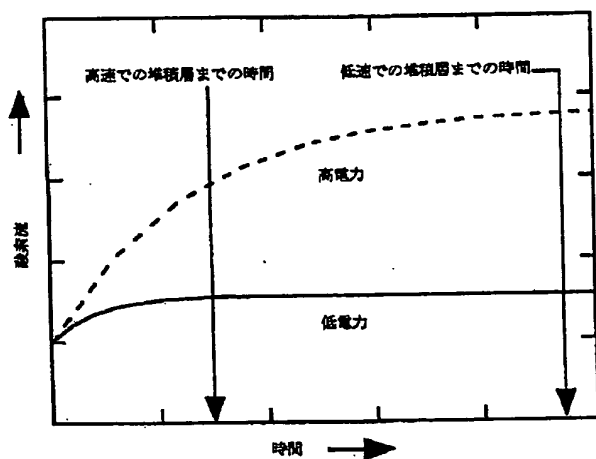
【図6】



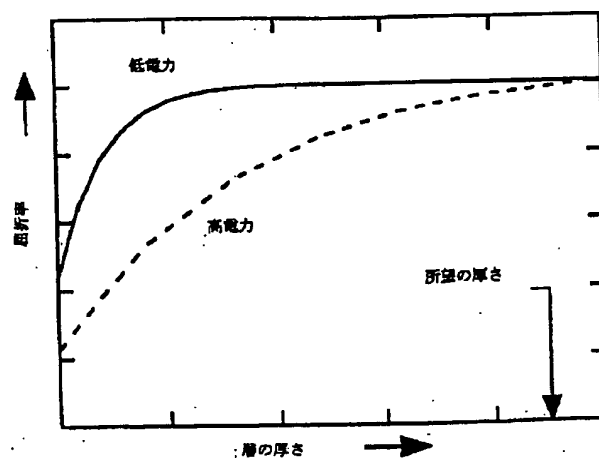
【図2】



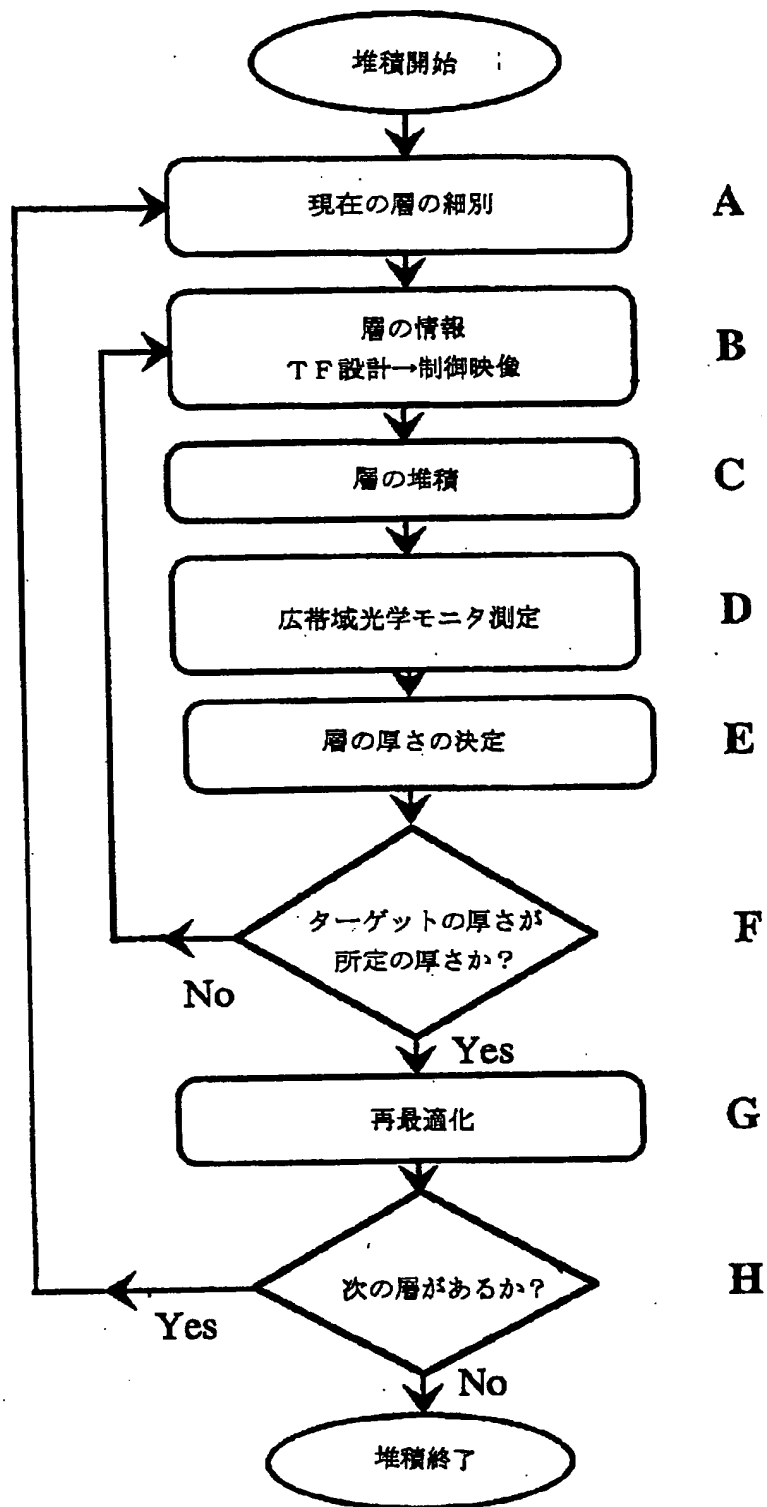
【図5】



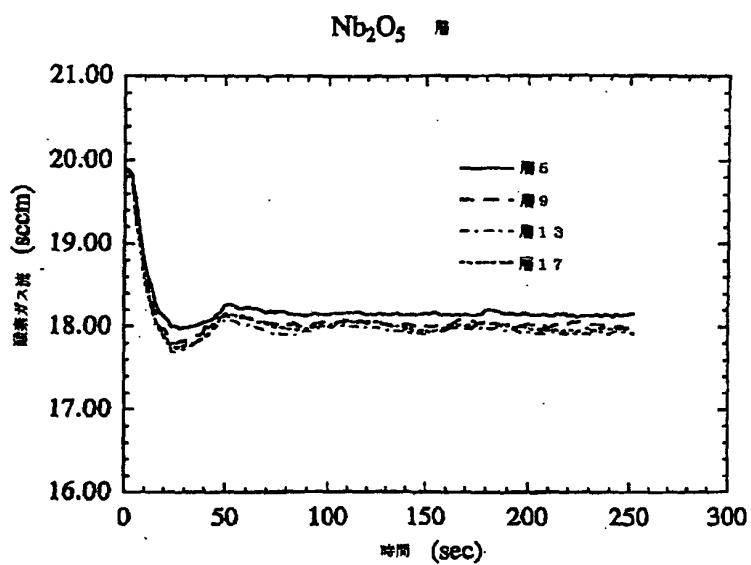
【図7】



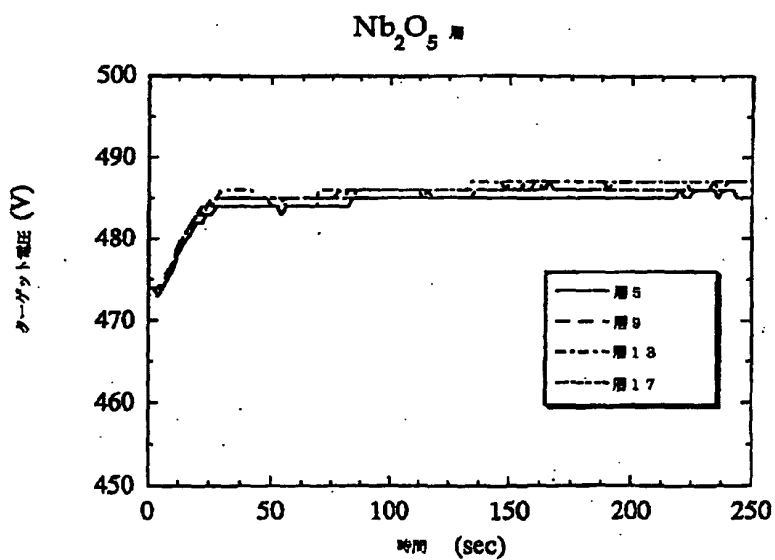
【図3】



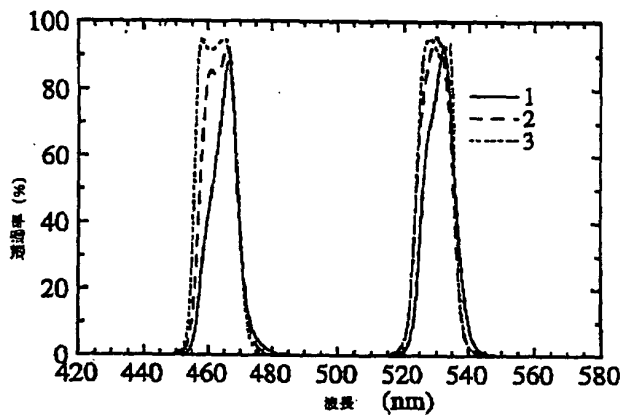
【図8】



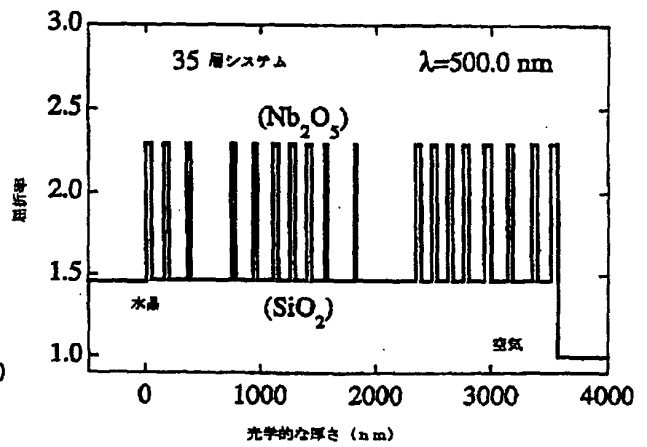
【図9】



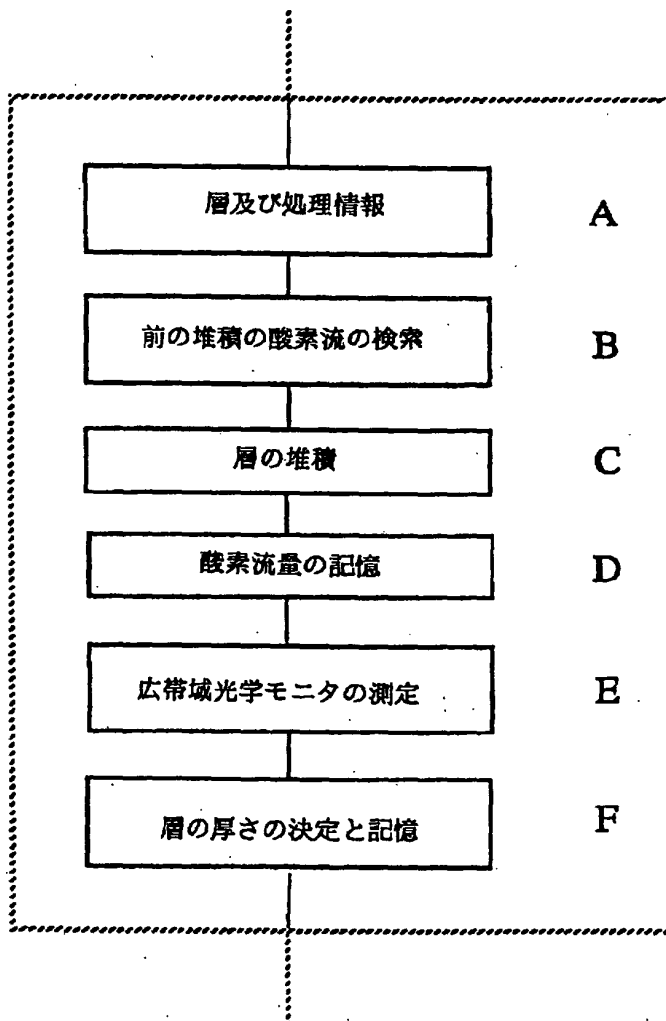
【図10】



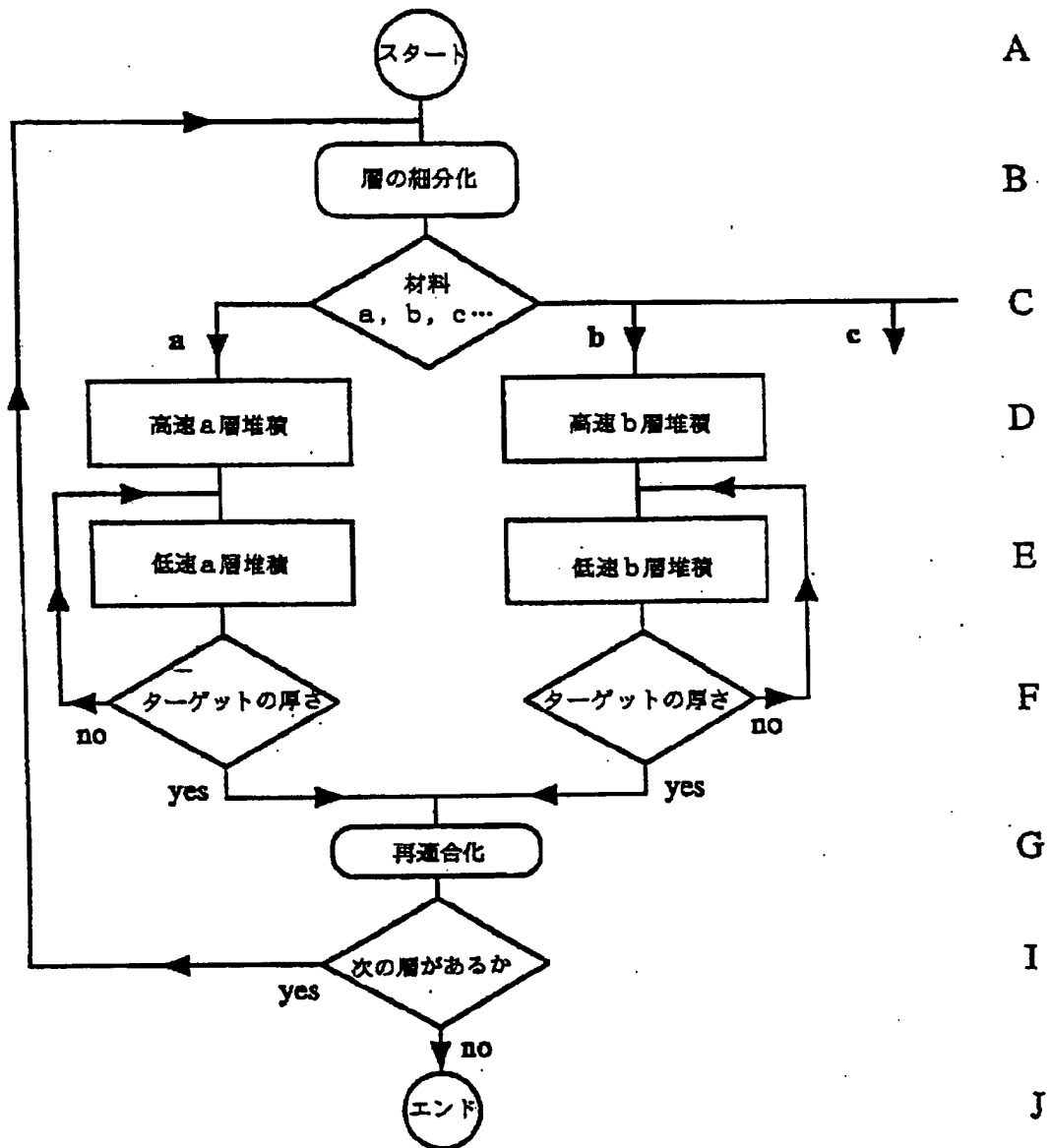
【図11】



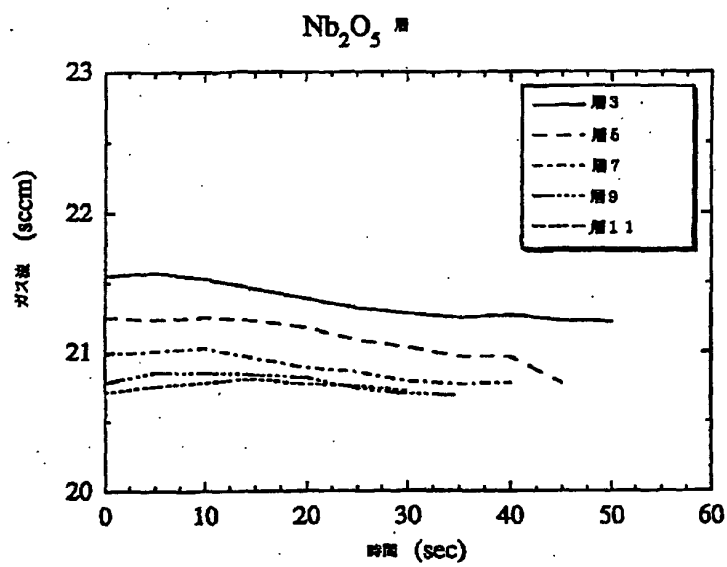
【図12】



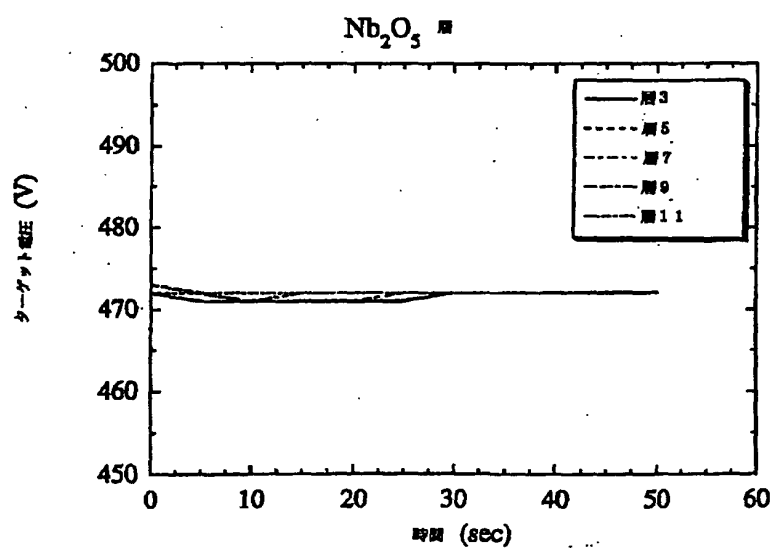
【図13】



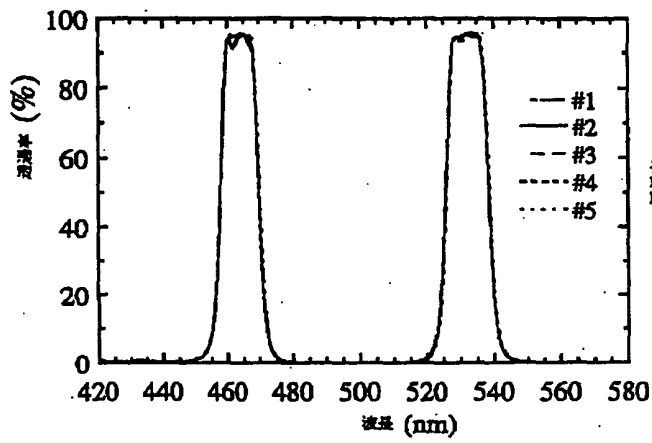
【図14】



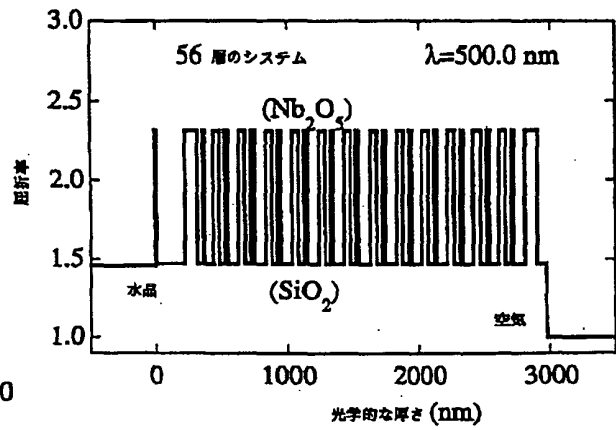
【図15】



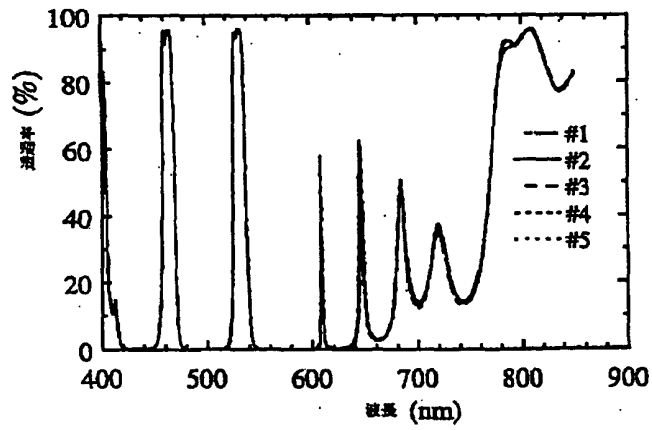
【図16】



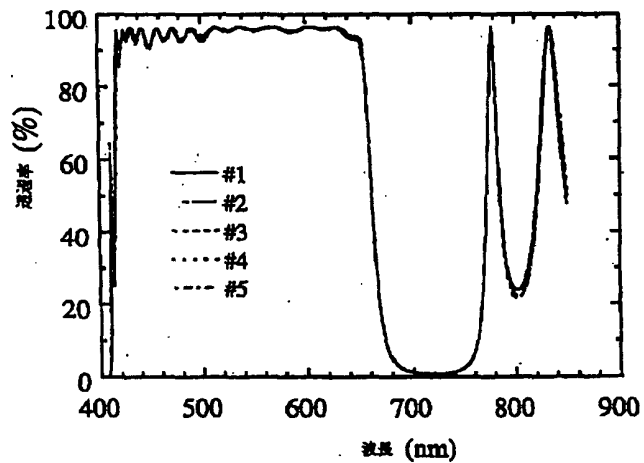
【図20】



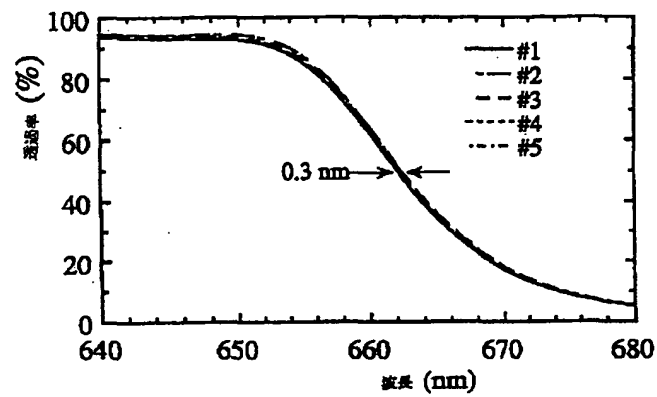
【図17】



【図18】



【図19】



フロントページの続き

(72)発明者 ジェイ. エー. ドブロウオルスキー
カナダ・オンタリオ ケー1ブイ 8ビー
6・オタワ・トラヴァース ドライブ
2691

(72)発明者 グレン エー. クラーク
カナダ・オンタリオ ケー1アール 5エ
ス3・オタワ・アパートメント #1・フ
ローラ ストリート 284

(72)発明者 秋山 貴之
神奈川県相模原市麻溝台1-10-1 株式
会社ニコン相模原技術開発部内

(72)発明者 伊東 孝
東京都品川区南大井3-2-6 株式会社
シンクロン内